

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

11.12.2004



## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 103 51 292.6

**Anmeldetag:** 31. Oktober 2003

**Anmelder/Inhaber:** Voith Paper Patent GmbH, 89522 Heidenheim/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zum Beladen einer Faserstoffsuspension  
und Anordnung zur Durchführung des Verfahrens

**IPC:** D 12 H 11/16

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 9. November 2004  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Klostermeyer

5

## **Verfahren zum Beladen einer Faserstoffsuspension und Anordnung zur Durchführung des Verfahrens**

- 10 Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Beladen einer Zellulosefasern  
enthaltenden Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat.

Wenn eine Faserstoffsuspension nach der Fiber-Loading-Technologie behandelt  
wird, wird Calciumcarbonat ausgefällt. Dieser Prozess wird beispielsweise bereits  
15 in der DE 101 13 998 A1 beschrieben.

Es ist die Aufgabe der Erfindung, weitere Verfahren zur Herstellung eines mit Calciumcarbonat beladenen Faserstoffs zu schaffen.

- 20 Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den folgenden  
Verfahrensschritten gelöst:

- Einbringen von Calciumhydroxid in flüssiger oder trockener Form oder von Calciumoxid in die Faserstoffsuspension,
- Einbringen von gasförmigem Kohlendioxid in die Faserstoffsuspension,
- 25 - Ausfällen von Calciumcarbonat durch das Kohlendioxid,
- Mahlen der Faserstoffsuspension während des Beladungsvorgangs und Waschen der Faserstoffsuspension nach dem Kristallisationsprozess und/oder dem Mahlprozess und/oder während des Mahlprozesses und/oder nach dem Mahlprozess.

30

Alternativ wird diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den folgenden Verfahrensschritten gelöst:

- Einbringen von Calciumhydroxid in flüssiger oder trockener Form oder von Calciumoxid in die Faserstoffsuspension,

ciumoxid in die Faserstoffsuspension,

- Einbringen von gasförmigem Kohlendioxid in die Faserstoffsuspension und
  - Ausfällen von Calciumcarbonat durch das Kohlendioxid,
  - Waschen der Faserstoffsuspension vor dem Einbringen der Faserstoffsuspension in eine in Flussrichtung der Faserstoffsuspension nachgeordnete Stoffauf-
- 5      laufbütte und/oder in eine Maschine zur weiteren Verarbeitung der Faserstoffsuspension. Je nach den Anforderungen, die an das Endprodukt gestellt werden, wird die Fiber-Loading-Technologie vor oder nach dem Mahlprozess eingesetzt.

10

Durch die Erfindung wird ein Verfahren beschrieben, um gefälltes, mit Faserstoff beladenes Calciumcarbonat (FLPCC = Fiber Loaded Precipitate Calcium Carbonate) herzustellen, insbesondere für die Zellstoffherstellung oder für die Zellstoffverwendung bei der Papierherstellung. Der zu beladende Faserrohstoff wird beispielsweise aus Recycling-Papier, aus DIP (= Deinked Paper), aus Sekundärfaserstoff, gebleichtem oder ungebleichtem Zellstoff, Holzstoff jeglicher Art, jeglichem Papierrohstoff, gebleichtem oder ungebleichtem Sulfatzellstoff, Fertig-

15      stoffausschuss, Leinen-, Baumwoll- und/oder Hanffasern (vorwiegend für Zigarettenpapier eingesetzt) und/oder jeglichem anderen Papierrohstoff hergestellt, der in

20      einer Papiermaschine Verwendung findet.

Das erfindungsgemäße Verfahren lässt sich unabhängig davon einsetzen, ob das Endprodukt Füllstoff enthält, der durch einen Fällungsprozess in einem Batchreaktor oder durch einen Mahlprozess (GCC = Ground Calcium Carbonate) hergestellt wurde, oder bei dem Talk, Silicium, Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) zum Einsatz kommen.

25      

Bei dem nachfolgend beschriebenen FLPCC-Prozess wird das bei anderen Herstellungsverfahren eingesetzte Füllstoffmaterial durch das mit der Fiber-Loading-

30      Prozesstechnologie hergestellte Füllstoffmaterial ersetzt. Das Anwendungsgebiet des mit der Fiber-Loading-Prozesstechnologie hergestellten Füllstoffs erstreckt sich auf die Papierherstellung und auf die Anwendungsgebiete aller Papiersorten,

einschließlich Verpackungspapieren, die einen Füllstoffgehalt zwischen 1 und 60 % besitzen oder die eine weiße Deckschicht mit einem Füllstoffgehalt zwischen 1 und 60 % aufweisen.

5 Das Einsatzgebiet der Erfindung ist nicht auf die Verwendung dieser Füllstoffe in papiererzeugenden Prozessen beschränkt; die Erfindung kann in jedem papiererzeugenden Prozess oder Hilfsprozess einschließlich der Zellstoffherstellung verwendet werden. Wird eine Faserstoffsuspension bei der Papierherstellung mit der Fiber-Loading-Technologie behandelt, resultiert ein vollkommen neues Produkt,  
10 das neue und verbesserte Eigenschaften gegenüber den auf dem Markt bekannten Produkten hat. Der nachfolgend beschriebene Prozess erlaubt es, direkt bei der Stoffaufbereitung in einer Papierfabrik Füllstoff (Calciumcarbonat) auszufällen, der ausschließlich an und in dem Faserstoff, insbesondere der Papierfaser, gleichmäßig verteilt und angelagert ist.

15

Durch eine Kombination oder eine Einzelanwendung der nachfolgend beschriebenen Ausführungsformen der Erfindung wird erreicht, dass ausschließlich mit gefälltem Calciumcarbonat beladener Faserstoff hergestellt wird, wobei das Calciumcarbonat an oder in den Fasern angelagert bzw. in ihnen eingelagert ist; hierbei  
20 wird die Ausbildung von freiem gefälltem Calciumcarbonat (PCC) unterbunden: Durch den Einsatz eines zusätzlichen Waschvorgangs nach dem Mahlprozess und/oder während des Mahlprozesses und/oder nach dem Kristallisationsvorgang in einem Kristallisator und/oder vor der Stoffauflaufbütte oder vor der Zuführung zur Papiermaschine oder durch die Rückführung des Pressenfiltrates zu einer  
25 Vorlagebütte oder einer anderen eingangsseitigen Speicheranordnung wird erreicht, dass ein konstanter Gehalt an Calciumhydroxid im Zuführsystem der Fiber-Loading-Einrichtung eingestellt oder eingeregelt wird. Das Calciumhydroxid kann unmittelbar in einem Faserstoffauflöser zugeführt werden. Das Pressenfiltrat lässt sich in das Stoffauflösesystem zurückführen. Calciumhydroxid, das nicht in Calciumcarbonat umgewandelt wird beziehungsweise das sich nicht an oder in den  
30 Fasern anlagert, wird den vorgeschalteten Prozessen wieder zugeführt.

Nur der Füllstoff, der nicht an oder in den Fasern abgelagert ist, d. h. freies gefälltes Calciumcarbonat, wird ausgewaschen. Die Fasern selber, die innen und außen mit Füllstoff versehen sind, verlieren diesen durch den Waschvorgang und die Rückführung des Pressenfiltrates nicht, so dass die positiven Effekte der Fiber-  
5 Loading-Technologie bestehen bleiben.

In Ergänzung zu den nachstehend näher beschriebenen Ausführungsformen der Erfindung wird auf die in der US 6 413 365, der DE 101 07 448 A1 und der DE 101 13 998 A1 näher beschriebenen Ausführungsbeispiele verwiesen, mit denen sich  
10 die erfindungsgemäßen Verfahren ebenfalls ausführen lassen.

Insbesondere umfasst die Erfindung ein Verfahren, gemäß dem die Faserstoffsuspension in eine Pressenanordnung zum Auspressen eines Filtrates eingebracht wird. Anschließend wird das Filtrat wenigstens teilweise in eine Anordnung  
15 zum Auflösen der Faserstoffsuspension zurückgeführt, d. h., in ein eingangsseitiges Speichergefäß, beispielsweise in eine Vorlagebütte. Das Calciumhydroxid wird wenigstens teilweise in der Anordnung zum Auflösen des Faserstoffs zugefügt. Im kompletten Stoffauflösesystem, d. h., in der Anordnung zum Auflösen des Faserstoffs, wird ein pH-Wert zwischen 7 und 12, insbesondere zwischen 8 und  
20 12, aufrechterhalten.

Gemäß der Erfindung lässt sich als Ausgangsmaterial wässriges Faserstoffmaterial, insbesondere wässriger Papierstoff, von 0,1 bis 20 % Konsistenz, vorzugsweise zwischen 2 und 8 %, einsetzen.

Calciumhydroxid in wässriger oder in trockener Form oder Calciumoxid wird in einem Bereich zwischen 0,01 und 60 % des vorhandenen Feststoffanteils in den wässrigen Papierfaserstoff eingemischt. Für den Mischvorgang wird ein statischer Mischer, eine Vorlagebütte oder ein Stoffauflösesystem eingesetzt; hierbei wird  
30 ein pH-Wert im Bereich zwischen 7 und 12, vorzugsweise zwischen 9 und 12, eingesetzt. Die Reaktivität des Calciumhydroxids liegt zwischen 0,01 und 180 Sekunden, vorzugsweise zwischen 0,05 und 60 Sekunden. Gemäß vorgegebenen

Reaktionsparametern wird Verdünnungswasser eingemischt, um so ein wässriges Ausgangsmaterial zu erzeugen.

- 5 Kohlendioxid wird entsprechend den Reaktionsparametern in einer feuchten Papierstoffsuspension eingemischt. Dabei fällt Calciumcarbonat in der Kohlendioxid-Atmosphäre aus.

- 10 Gleichzeitig wird Mahlergie im Bereich zwischen 0,1 und 300 kWh je Tonne Papiertrockenstoff eingebracht. Gegenüber herkömmlichen Prozessen zur Herstellung einer Faserstoffsuspension kann erfindungsgemäß ein höherer Mahlgrad energie günstig erreicht werden; gemäß der Erfindung können bis zu 50 % der Mahlergie eingespart werden. Dies wirkt sich insbesondere auf alle Papiersorten aus, die einen Mahlprozess bei ihrer Herstellung durchlaufen, und vor allem bei solchen, die einen hohen oder sehr hohen Mahlgrad haben, wie beispielsweise
- 15 FL-Zigarettenpapiere (FL = Fiber Loading), FL-B&P-Papiere, FL-Sackkraftpapiere und FL-Filterpapier. Bei diesen Papieren, die keine Füllstoffe benötigen, kann freier Füllstoff, der nicht an oder in den Fasern abgelagert ist, nach dem Mahlprozess oder vor dem Einbringen der Faserstoffsuspension in die Stoffauflaufbütte oder vor der Zuführung zur Papiermaschine entfernt werden. Die Fasern selber
- 20 sind jedoch innen und außen mit Füllstoff versehen, so dass die positiven Effekte der Fiber-Loading-Technologie bestehen bleiben.

- 25 Die durch den hohen Mahlgrad erreichten hohen mechanischen Festigkeiten des Endproduktes wirken sich positiv auf die Herstellung aller Papiersorten, insbesondere von FL-Zigarettenpapieren, FL-B&P-Papieren, FL-Sackkraftpapieren und FL-Filterpapier aus, da durch prozessbedingte mechanische Belastungen in den verschiedenen Sektionen der Papiermaschine, wie in der Pressenpartie, der Trockenpartie oder in dem Bereich, in dem die Papierbahn aufgerollt wird, das hergestellte Zwischenprodukt und das herzustellende Endprodukt durch die Ver-
- 30 wendung von Aufroll-, Wickel-, Umroll- und Konvertierungsmaschinen mechanisch hoch belastet wird. Insbesondere bei der Herstellung von Zigarettenpapier entstehen hohe mechanische Belastungen an dem verwendeten Zigarettenpapier.

Diese werden unter anderem durch den Einsatz von Wickelmaschinen bei der Herstellung von Zigaretten und durch das niedrige Flächengewicht bedingt.

5 Durch die erfindungsgemäße Vorbehandlung der Faserstoffsuspension wird auch die Voraussetzung für eine bessere Trocknung geschaffen, durch die die Effizienz bei der Herstellung aller Papiersorten erhöht wird. Von Vorteil sind Restfeuchtigkeiten im Bereich zwischen 1 und 20 %.

10 Durch die Erfindung werden auch höhere Weißgrade und/oder höhere optische Werte mit einer um bis zu 15 Helligkeitspunkte besseren Helligkeit bei der Herstellung aller Arten von Papier, Pappe oder bei verschiedenen Einsatzformen von Pappe, einschließlich der weißen Decklage auf einer Pappschicht, erreicht.

15 Die Energieeinbringung beim Mahlprozess, d. h. die Wärmemenge und die daraus resultierende Aufheizung, wird gesteuert. Entsprechend der Steuerung lassen sich Kristalle verschiedenster Form herstellen.

20 Die Erfindung bezieht sich in einer weiteren Ausgestaltung auf ein Verfahren, bei dem als Reaktor ein statischer Mischer, ein Refiner, ein Disperger und/oder ein Fluffer-FLPCC-Reaktor zum Einsatz kommt, wobei der Faserstoffgehalt, insbesondere der Papiergehalt, bei einem statischen Mischer zwischen 0,01 und 15 %; bei einem Refiner und bei einem Disperger zwischen 2 und 40 %, insbesondere bei einer LC-Mahlung zwischen 2 und 8 % und bei einer HC-Mahlung zwischen 20 und 35 %, sowie bei einem Fluffer-FLPCC-Reaktor zwischen 15 und 60 % beträgt.

25

Ebenso betrifft die Erfindung ein Verfahren, gemäß dem für die Fällungsreaktion ein Energieaufwand zwischen 0,3 und 8 kWh/t, insbesondere zwischen 0,5 und 4 kWh/t, verwendet wird, insbesondere, wenn kein Mahlprozess zum Einsatz kommt.

30

Vorzugsweise liegt die Prozesstemperatur zwischen -15 und 120 °C, insbesondere zwischen 20 und 90 °C. Vorzugsweise werden rhomboedrische, skalenohedrische

und kugelförmige Kristalle erzeugt, wobei die Kristalle Abmessungen zwischen 0,05 und 5 µm, insbesondere zwischen 0,3 und 2,5 µm, haben.

5 Zur Herstellung einer mit Calciumcarbonat beladenen Faserstoffsuspension werden statische und/oder bewegliche, insbesondere rotierende, Mischelemente eingesetzt.

10 Das Verfahren wird vorzugsweise in einem Druckbereich zwischen 0 und 15 bar, insbesondere zwischen 0 und 6 bar, durchgeführt. Ebenso wird das Verfahren mit Vorteil bei einem pH-Wert zwischen 6 und 10, insbesondere zwischen 6,5 und 9,5, durchgeführt. Hierbei liegt die Reaktionszeit zwischen 0,01 und 180 Sekunden, insbesondere zwischen 0,05 und 60 Sekunden.

15 Ein weiterer Vorteil beim Einsatz der erfindungsgemäßen Technologie bei den oben aufgeführten Papiersorten besteht darin, dass diese auch in einem Kalandrierwerk weiter verarbeitet werden können. Dadurch, dass beim Einsatz der Fiber-Loading-Technologie Fiber-Loading-Partikel in, um und an den Fasern angelagert werden, wird das Blackening, d. h. Schwarzsatinage, vermieden.

20 Der mit der erfindungsgemäßen Fiber-Loading-Kombinationsprozess-Technologie hergestellte Faserstoff hat gegenüber herkömmlich hergestelltem Faserstoff eine höhere Entwässerungsfähigkeit, die im Bereich zwischen 5 und 100 ml CSF oder von 0,2 bis 15 °SR liegt und vom geforderten Mahlgrad und Füllstoffgehalt abhängig ist. Dieser Faserstoff besitzt ein niedrigeres Wasserrückhaltevermögen von  
25 etwa 2 bis 25 %, das von dem Rohstoff abhängt, der für die Papierherstellung verwendet wird. Gegenüber herkömmlichem Faserstoff lässt sich das Wasser aus der Faserstoffsuspension schneller entfernen, und entsprechend schneller trocknet der Faserstoff. Dies hat auch einen positiven Einfluss auf die Rückbefeuchtung, die dadurch im Papierherstellungsprozess geringer ist, und auf die Bedruck-  
30 barkeit der hergestellten Papiersorten.

Die Erfindung bezieht sich auch auf Vorrichtung zur Durchführung eines der oben



beschriebenen Verfahren. Hierbei ist vor einer Entwässerungsschnecke ein zusätzlicher statischer Mischer vorhanden, in dem die Faserstoffsuspension gewaschen wird.

- 5 In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, dass in der Entwässerungsschnecke gewonnenes Filtrat der Faserstoffsuspension über eine Leitung zu einer Vorlagebütte oder eine andere vorgelagerte Einrichtung zur Aufbereitung der Faserstoffsuspension zurückführbar ist.

- 10 Mit Vorteil wird vor einem Kristallisator ein zusätzlicher statischer Mischer eingesetzt, in dem die Faserstoffsuspension gewaschen wird.

Ebenso lässt sich mit Vorteil vorsehen, dass nach dem Kristallisator eine zusätzliche Wascheinrichtung zur Reinigung der Faserstoffsuspension angeordnet ist.

15

In einer anderen Ausgestaltung der Vorrichtung ist vor dem Kristallisator ein zusätzlicher statischer Mischer vorhanden, in den die Faserstoffsuspension mit einem Filtrat und/oder einer Calciumhydroxidsuspension vermischt wird.

- 20 Nachstehend wird die Erfindung in Ausführungsbeispielen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 ein erstes Schema die Aufbereitung einer Faserstoffsuspension zum Einsatz in einer Maschine zur Herstellung einer Faserstoffbahn und

Fig. 2 ein zweites Schema.

25

Für eine Faserstoffsuspension ist ein Rohrleitungssystem 1 (Fig. 1) vorgesehen, das mit Steuerventilen 2, 3 ausgestattet ist. Das Steuerventil 2 ist in einer Leitung 4 angeordnet, über die das Rohrleitungssystem 1 mit einem statischen Mischer 5 verbunden ist. In den Mischer 5 wird über ein Ventil 6 Verdünnungswasser und/oder vorzugsweise mit Calciumhydroxid vernetztes Filtrat zugeführt. Dem Mischer 5 ist in Fließrichtung der Faserstoffsuspension eine Bütte 7 oder ein Behälter zur Bevorratung der Faserstoffsuspension nachgeordnet. Aus der Bütte 7

30

wird die Faserstoffsuspension über eine Pumpe 8 zu einem weiteren statischen Mischer 9 gepumpt. Auch dem Mischer 9 wird über ein Ventil 10 Verdünnungswasser zugeführt. Ebenso wird über ein Ventil 11, das in einer Leitung 12 angebracht ist, der Zufluss einer Suspension von Calciumhydroxid gesteuert.

5

Dieses wird von einer Zubereitungsvorrichtung 13 zur Verfügung gestellt, in der festes Calciumoxid oder Calciumhydroxid in Wasser eingebracht wird. Hierzu wird der Zubereitungsvorrichtung 13 über eine Leitung 14 mit einem Ventil 15 Wasser zugeleitet. Die in der Zubereitungsvorrichtung 13 erzeugte Suspension wird über eine Pumpe 16 in die Leitung 12 eingeleitet.

10

Aus dem Mischer 9 strömt somit eine mit Calciumhydroxid versetzte Faserstoffsuspension in eine Leitung 17 mit einem Ventil 18 zu einer Entwässerungsschnecke 19, in der der Faserstoffsuspension Wasser entzogen wird, das beispielsweise über eine Leitung 20 zu dem Mischer 5 als Verdünnungswasser zurückgeführt wird. Alternativ oder zusätzlich kann das in der Entwässerungsschnecke 19 entzogene Wasser auch zu einem Vorratsbehälter 21 für die Faserstoffsuspension geleitet werden, oder es wird zu dem Mischer 9 zurückgeleitet. In allen Fällen lässt sich in den der Entwässerungsschnecke 19 vorgelagerten Aggregaten der pH-Wert durch den Rückfluss an Calciumhydroxid-haltigem Wasser erhöhen und einregeln.

15

20

Aus der Entwässerungsschnecke 19 gelangt die Faserstoffsuspension über eine Leitung 22 zu einer Egalisierungsschnecke 23, um die Faserstoffsuspension zu ver-

gleichmäßigen. Dieser ist in Flußrichtung über eine Leitung 24 ein Gefäß 25 (Kristallisator) nachgeordnet. Dieses ist über eine mit Ventilen 26, 27 und einer Pumpe 28 ausgestattete Leitung 29 zur Zuführung von Kohlendioxid mit einem Kohlendioxid-Vorratsbehälter 30 verbunden. Aus diesem wird Kohlendioxid in den Kristallisator 25 eingeleitet, um die gewünschte Fällungsreaktion von Calciumhydroxid und Kohlendioxid zur Bildung von Calciumcarbonat als Füllstoff in den Fasern des Faserstoffs zu erzeugen.

25

30

Über eine von der Leitung 29 abzweigende weitere Leitung 31, die mit einem Ventil 32 ausgestattet ist, ist der Kohlendioxid-Vorratsbehälter 30 zusätzlich mit der Egalisierschnecke 23 verbunden. Dadurch lässt sich auch in diese Kohlendioxid einleiten, um bereits dort wenigstens teilweise die Fällungsreaktion auszuführen.

5

Ebenso ist die Leitung 29 über ein weiteres Ventil 33 mit einem statischen Mischer 34 verbunden. Dieser dient dazu, der über eine mit einem Ventil 35 versehene Leitung 36 aus dem Kristallisator 25 herausströmende Faserstoffsuspension weiteres Kohlendioxid zuzusetzen.

10

Aus dem Mischer 34 strömt die Faserstoffsuspension in einen Mischbehälter 37. Zwischen dem Mischer 34 und dem Mischbehälter 37 kann eine Filtrationseinrichtung 38 angeordnet sein. Von der Filtrationseinrichtung 38 aus wird mit Calciumcarbonat angereichertes Filtrat in die Vorlagebütte 7 oder in ein anderes vorgelagertes Aggregat zur Aufbereitung des Verdünnungswassers oder der Faserstoffsuspension zurückgeführt. Der Mischbehälter 37 ist mit einem Rotor 39 zum Durchmischen der Faserstoffsuspension ausgestattet. Aus dem Mischer 34 fließt die Faserstoffsuspension entweder unmittelbar zu einem Stoffauflauf einer Papiermaschine oder wird einer weiteren mechanischen Behandlung unterzogen, beispielsweise in einer Refiner Feed Chest.

20

Dem Mischer 34 kann von dem Rohrleitungssystem 1 über das Ventil 3 und eine Leitung 40, in der dieses angebracht ist, ebenfalls Faserstoffsuspension zugeführt werden, die noch nicht Calciumhydroxid beaufschlagt ist.

25

Ferner ist vorgesehen, dass aus der Maschine zur Herstellung der Faserstoffbahn, insbesondere der Papiermaschine, Weißwasser oder Prozesswasser, das beispielsweise im Siebbereich der Papiermaschine zurückgewonnen wurde, oder, wie oben bereits dargestellt, Faserstoffsuspension aus der Entwässerungsschnecke 19, dem Behälter 21 zugeführt wird. Diesem wird beispielsweise über eine Leitung 41 mit einem Ventil 42 Verdünnungswasser zugeleitet.

30

Aus dem Behälter 21 strömt mit Prozesswasser vermisches Verdünnungswasser über eine Leitung 43, eine Pumpe 44 sowie ein Ventil 45 zu dem Kristallisator 25. Es ergibt sich somit gemäß dem in Fig. 1 dargestellten Aufbau einer Anordnung zum Beladen der Faserstoffsuspension mit Füllstoff, insbesondere mit Calciumcarbonat, eine Vielzahl von Möglichkeiten, die Zusammensetzung der zu erzeugenden Faserstoffsuspension in verschiedenen Stadien der Herstellung zu beeinflussen.

In einer anderen Ausführungsform wird eine Faserstoffsuspension in einer Vorrichtung 48 (Fig. 2) in einem mit Steuerventilen 49, 50 ausgestatteten Rohrleitungssystem zur Beladung mit Calciumcarbonat transportiert. Das Steuerventil 49 ist in einer Leitung 51 angeordnet, über die das Rohrleitungssystem mit einem statischen Mischer 52 verbunden ist. Diesem lässt sich über ein Ventil 53 Verdünnungswasser zuführen. Ebenso wird über ein weiteres, in einer Leitung 54 angebrachtes Ventil 55 der Zufluss einer Suspension von Calciumhydroxid gesteuert. Dieses wird von einer Zubereitungsvorrichtung 56 zur Verfügung gestellt, in der festes Calciumoxid oder Calciumhydroxid in Wasser eingebracht wird. Hierzu wird der Zubereitungsvorrichtung 56 über eine Leitung mit einem Ventil 57 Wasser zugeleitet. Die in der Zubereitungsvorrichtung 56 erzeugte Suspension wird über eine Pumpe 58 in die Leitung 55 eingeleitet.

Aus dem Mischer 52 strömt somit mit Calciumhydroxid versetzte und verdünnte Faserstoffsuspension heraus in eine Leitung 59 mit einem Ventil 60. Aus der Leitung 59 wird die Suspension unmittelbar einem Gefäß 61 (Crystallizer = Kristallisator) zugeführt. Dieses ist über eine mit Ventilen 62, 63 und mit einer Pumpe 64 ausgestattete Leitung 65 zur Zuführung von Kohlendioxid mit einem Kohlendioxid-Vorratsbehälter 66 verbunden. Aus diesem wird Kohlendioxid in den Kristallisator 61 eingeleitet, um dort die gewünschte Fällungsreaktion von Calciumhydroxid und Kohlendioxid zur Bildung von Calciumcarbonat als Füllstoff in den Fasern des Faserstoffs zu erzeugen. Anstelle des Einsatzes des Mixers 52 kann das Calciumhydroxid auch aus einer Vorlagebütte eingemischt werden.

Die Leitung 65 ist über ein weiteres Ventil 67 mit einem statischen Mischer 68 verbunden, der dazu dient, der über eine mit einem Ventil 69 versehene Leitung 70 aus dem Kristallisator 61 herausströmenden Faserstoffsuspension weiteres Kohlendioxid zuzusetzen.

5

Aus dem Mischer 68 strömt die Faserstoffsuspension in einen Mischbehälter 71 (Blend Chest), der mit einem Rotor 72 zum Durchmischen der Faserstoffsuspension ausgestattet ist. Aus dem Mischbehälter 71 fließt die Faserstoffsuspension entweder unmittelbar zu einem Stoffauflauf einer Papiermaschine oder wird einer weiteren mechanischen Behandlung unterzogen, beispielsweise in einer Refiner Feed Chest.

10

Dem Mischbehälter 71 kann zusätzlich über das Ventil 50 und eine Leitung 73 Faserstoffsuspension zugeführt, die nicht mit Calciumhydroxid beaufschlagt ist.

15

Zusätzlich kann in das Rohrleitungssystem ein Refiner 74 zur Verfeinerung der Faserstoffsuspension durch einen zusätzlichen Mahlvorgang eingebracht sein. Diesem wird über eine von der Leitung 59 abzweigende Leitung 75 Faserstoffsuspension zugeführt. Aus dem Refiner 74 gelangt die nochmals gemahlene Faserstoffsuspension über eine Leitung 76 in die Leitung 70 und von dort, wie oben beschrieben, in den Vorratsbehälter.

20

Zusätzlich kann vorgesehen sein, dass dem Refiner 74 über eine von der Leitung 65 abzweigende Leitung 77 und einen diese mit der Leitung 75 verbindenden statischen Mischer 78 Kohlendioxid aus dem Kohlendioxid-Vorratsbehälter 66 zugeleitet wird.

25

Bei diesem Aufbau zur Aufbereitung der Faserstoffsuspension übernimmt das Gefäß 74 zusätzlich den Mahlvorgang, so dass ein einfacher Aufbau der Anlage zur Faserstoffaufbereitung geschaffen wird. Der Mahlvorgang dient gleichzeitig als Rührvorgang, um durch einen Scherprozess das Calciumcarbonat in den Fasern einzulagern.

30

Auch zwischen dem Mischer 68 und dem Mischbehälter 71 kann eine Filtrationsvorrichtung 79 ähnlich wie die Filtrationseinrichtung 38 vorhanden sein, von dem mit Calciumcarbonat angereichertes Filtrat in eine Vorlagebütte oder in ein anderes vorgelagertes Aggregat zur Aufbereitung des Verdünnungswassers oder der Faserstoffsuspension zurückgeführt wird.

**Bezugszeichenliste**

1	Rohrleitungssystem
2	Steuerventil
3	Steuerventil
4	Leitung
5	statischer Mischer
6	Ventil
7	Bütte
8	Pumpe
9	statischer Mischer
10	Ventil
11	Ventil
12	Leitung
13	Zubereitungsrichtung
14	Leitung
15	Ventil
16	Pumpe
17	Leitung
18	Ventil
19	Entwässerungsschnecke
20	Leitung
21	Vorratsbehälter
22	Leitung
23	Egalisierschnecke
24	Leitung
25	Gefäß
26	Ventil
27	Ventil
28	Pumpe
29	Leitung
30	Kohlendioxid-Vorratsbehälter

5

10

15

20

25

30

	31	Leitung
	32	Ventil
	33	Ventil
	34	statischer Mischer
5	35	Ventil
	36	Leitung
	37	Mischbehälter
	38	Filtrationseinrichtung
	39	Rotor
10	40	Leitung
	41	Leitung
	42	Ventil
	43	Leitung
	44	Pumpe
15	45	Ventil
	46	—
	47	—
	48	Vorrichtung
	49	Steuerventil
20	50	Steuerventil
	51	Leitung
	52	Mischer
	53	Ventil
	54	Leitung
25	55	Ventil
	56	Zubereitungsvorrichtung
	57	Ventil
	58	Pumpe
	59	Leitung
30	60	Ventil
	61	Gefäß
	62	Ventil



- 16 -

- 63 Ventil
- 64 Pumpe
- 65 Leitung
- 66 Kohlendioxid-Vorratsbehälter
- 67 Ventil
- 68 Mischer
- 69 Ventil
- 70 Leitung
- 71 Mischbehälter
- 72 Rotor
- 73 Leitung
- 74 Refiner
- 75 Leitung
- 76 Leitung
- 77 Leitung
- 78 statischer Mischer
- 79 Filtrationsvorrichtung

5

10

15

5

**Verfahren zum Beladen einer Faserstoffsuspension und Anordnung zur  
Durchführung des Verfahrens**

**Patentansprüche**

10

1. Verfahren zum Beladen einer Zellulosefasern enthaltenden Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat mit den folgenden Verfahrensschritten:

- Einbringen von Calciumhydroxid in flüssiger oder trockener Form oder von Calciumoxid in die Faserstoffsuspension,
- 15 - Einbringen von gasförmigem Kohlendioxid in die Faserstoffsuspension,
- Ausfällen von Calciumcarbonat durch das Kohlendioxid,
- Mahlen der Faserstoffsuspension während des Beladungsvorgangs und
- Waschen der Faserstoffsuspension nach dem Kristallisationsprozess und/oder vor dem Mahlprozess und/oder während des Mahlprozesses
- 20 - und/oder nach dem Mahlprozess.

20

2. Verfahren zum Beladen einer Zellulosefasern enthaltenden Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat, insbesondere nach Anspruch 1, mit den folgenden Verfahrensschritten:

- 25 - Einbringen von Calciumhydroxid in flüssiger oder trockener Form oder von Calciumoxid in die Faserstoffsuspension,
- Einbringen von gasförmigem Kohlendioxid in die Faserstoffsuspension und
- Ausfällen von Calciumcarbonat durch das Kohlendioxid,
- 30 - Waschen der Faserstoffsuspension vor dem Einbringen der Faserstoffsuspension in eine in Flussrichtung der Faserstoffsuspension nachgeordnete Stoffauflaufbütte und/oder in eine Maschine zur weiteren Verarbeitung der Faserstoffsuspension.

25

30

3. Verfahren zum Beladen einer Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat, insbesondere nach Anspruch 1 oder 2, mit den folgenden Verfahrensschritten:

- Einbringen in eine Pressenanordnung (19, 38, 79) zum Auspressen eines Filtrates der Faserstoffsuspension und
- wenigstens teilweises Rückführen des Filtrates in eine Anordnung zum Auflösen der Faserstoffsuspension.

4. Verfahren nach Anspruch 3,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass das Filtrat in ein eingangsseitiges Speichergefäß, insbesondere in eine Vorlagebütte (7), zurückgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass das Calciumhydroxid wenigstens teilweise in der Anordnung zum Auflösen des Faserstoffs zugefügt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass wenigstens in der Anordnung zum Auflösen des Faserstoffs ein pH-Wert zwischen 7 und 12, insbesondere zwischen 8 und 12, aufrechterhalten wird.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass als Ausgangsmaterial wässriges Faserstoffmaterial, insbesondere wässriger Papierstoff, von 0,1 bis 20 % Konsistenz, vorzugsweise zwischen 2 und 8 %, eingesetzt wird.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass das Calciumhydroxid in das wässrige Faserstoffmaterial, insbesondere den Papierfaserstoff, eingemischt wird, wobei dieses einen Feststoffanteil zwischen 0,01 und 60 % hat.

- 5     9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass das Calciumhydroxid durch einen statischen Mischer (9, 16) oder durch eine Vorlagebütte eingemischt wird.
- 10     10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass das Calciumhydroxid im Bereich zwischen 0,01 und 180 Sekunden, insbesondere zwischen 0,05 und 60 Sekunden, reagiert.
- 15     11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass Verdünnungswasser in die Faserstoffsuspension eingemischt wird, insbesondere vor, während oder nach der Zugabe von Kohlendioxid und/oder Calciumhydroxid oder Calciumoxid.
- 20     12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass das Kohlendioxid in eine feuchte Faserstoffsuspension eingemischt wird.
- 25     13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass eine Mahlenergie im Bereich zwischen 0,1 und 300 kWh je Tonne Papiertrockenstoff eingebracht wird.
- 30     14. Verfahren nach Anspruch 13,  
**dadurch gekennzeichnet,**

dass die Einbringung von Energie durch den Mahlprozess gesteuert wird.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

5 dass als Reaktor ein statischer Mischer, ein Refiner (80), ein Disperger und/oder ein Fluffer-FLPCC-Reaktor zum Einsatz kommt, wobei der Faserstoffgehalt, insbesondere der Papiergehalt, bei einem statischen Mischer zwischen 0,01 und 15 %; bei einem Refiner und bei einem Disperger zwischen 2 und 40 %, insbesondere bei einer LC-Mahlung zwischen 2 und 8  
10 % und bei einer HC-Mahlung zwischen 20 und 35 %, sowie bei einem Fluffer-FLPCC-Reaktor zwischen 15 und 60 % beträgt.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

15 dass für die Fällungsreaktion ein Energieaufwand zwischen 0,3 und 8 kWh/t, insbesondere zwischen 0,5 und 4 kWh/t, verwendet wird, insbesondere, wenn kein Mahlprozess zum Einsatz kommt.

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

20 dass die Prozesstemperatur zwischen -15 und 120 °C, insbesondere zwischen 20 und 90 °C, beträgt.

18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

**dadurch gekennzeichnet,**

25 dass rhomboedrische, skalenohedrische und kugelförmige Kristalle erzeugt werden.

19. Verfahren nach Anspruch 18,

**dadurch gekennzeichnet,**

30 dass die Kristalle Abmessungen zwischen 0,05 und 5 µm, insbesondere zwischen 0,3 und 2,5 µm, haben.

20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass statische und/oder bewegliche, insbesondere rotierende, Mischelemente (68) eingesetzt werden.

5

21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass es in einem Druckbereich zwischen 0 und 15 bar, insbesondere zwischen 0 und 6 bar, durchgeführt wird.

10

22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass es bei einem pH-Wert zwischen 6 und 10, insbesondere zwischen 6,5 und 9,5, durchgeführt wird.

15

23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass die Reaktionszeit zwischen 0,01 und 180 Sekunden liegt, insbesondere zwischen 0,05 und 60 Sekunden.

20

24. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 23,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass vor einer Entwässerungsschnecke (19) ein zusätzlicher statischer Mischer (9) vorhanden ist, in dem die Faserstoffsuspension einem Filtrat und/oder einer Calciumhydroxidsuspension vermischt wird.

25

25. Vorrichtung nach Anspruch 24,  
**dadurch gekennzeichnet,**  
dass in der Entwässerungsschnecke (19) gewonnenes Filtrat der Faserstoffsuspension über eine Leitung (20) zu einer Vorlagebütte (7) oder eine andere vorgelagerte Einrichtung zur Aufbereitung der Faserstoffsuspension zurück-

30

föhrbar ist.

26. Vorrichtung nach Anspruch 24 oder 25,

**dadurch gekennzeichnet,**

5 dass vor einem Kristallisator (61) ein zusätlicher statischer Mischer (52) vorhanden ist, in dem die Faserstoffsuspension gewaschen wird.

27. Vorrichtung nach Anspruch 26,

**dadurch gekennzeichnet,**

10 dass nach dem Kristallisator (25, 61) eine zusätzliche Wascheinrichtung (38, 79) zur Reinigung der Faserstoffsuspension angeordnet ist.

28. Vorrichtung nach Anspruch 26 oder 27,

**dadurch gekennzeichnet,**

15 dass vor dem Kristallisator (61) ein zusätzlicher statischer Mischer (52) vorhanden ist, in den die Faserstoffsuspension zurückföhrbar ist.

1/2

BEST AVAILABLE COPY

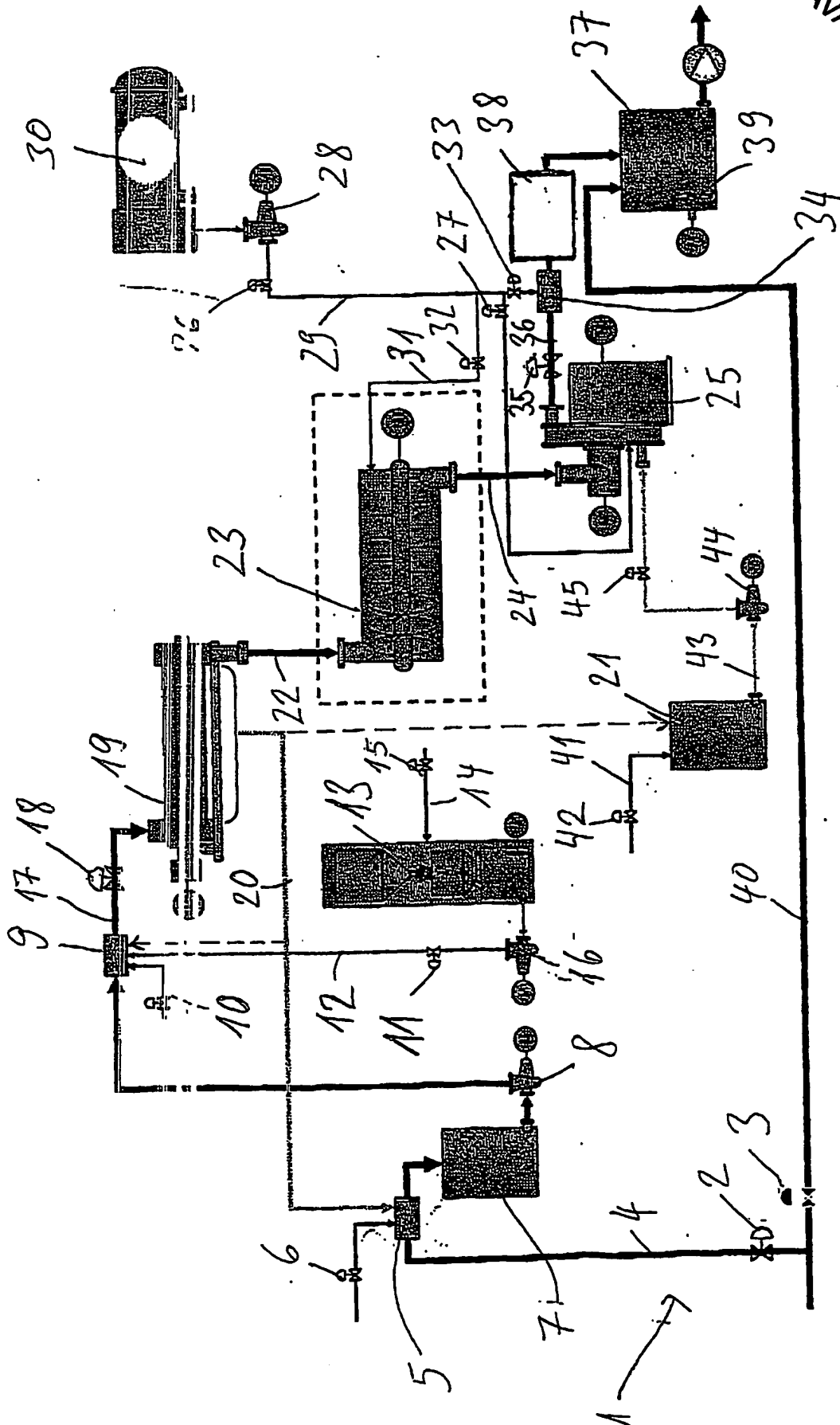


Fig. 1



2/2

BEST AVAILABLE CO

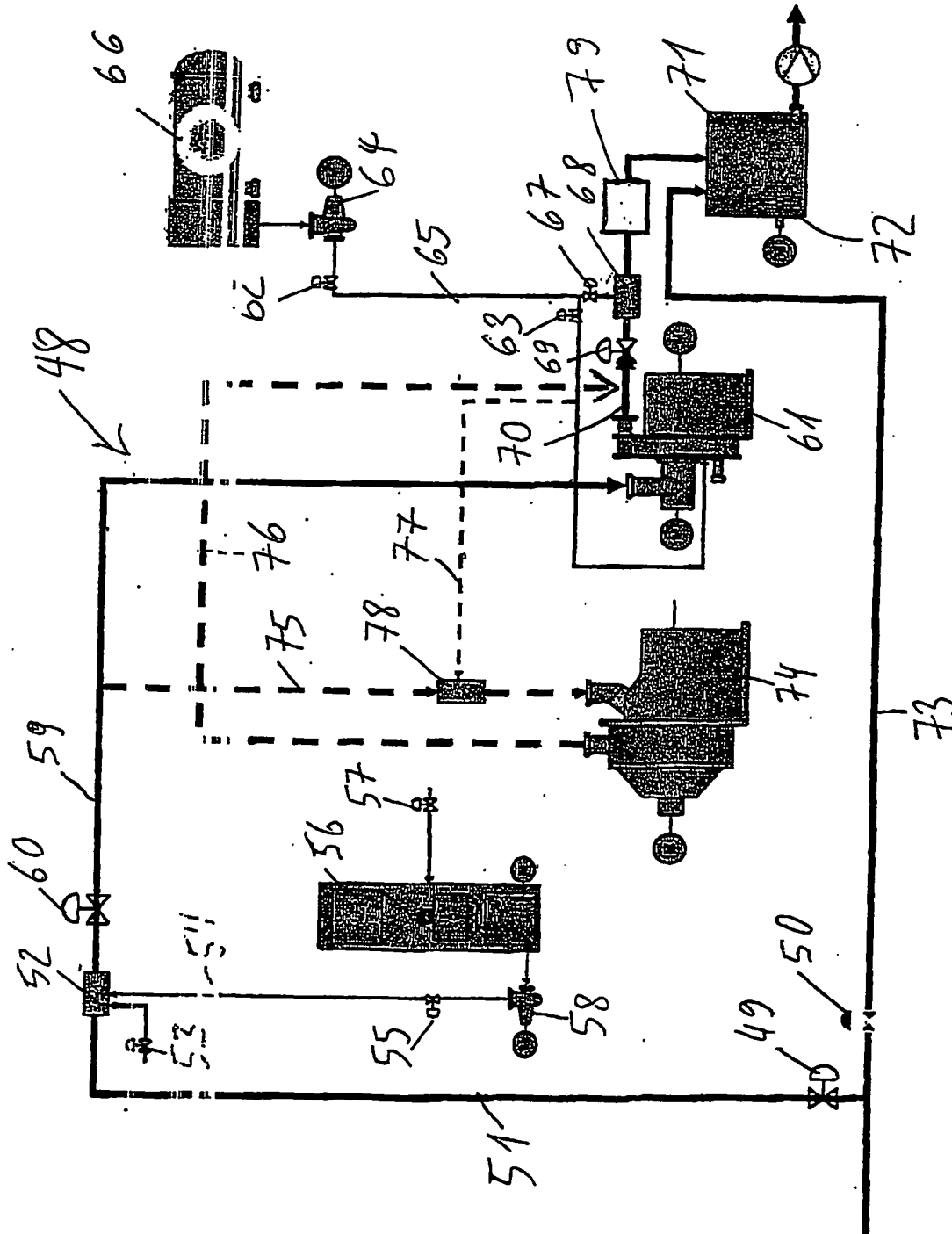


Fig. 2

5

**Verfahren zum Beladen einer Faserstoffsuspension und Anordnung zur  
Durchführung des Verfahrens**

**Zusammenfassung**

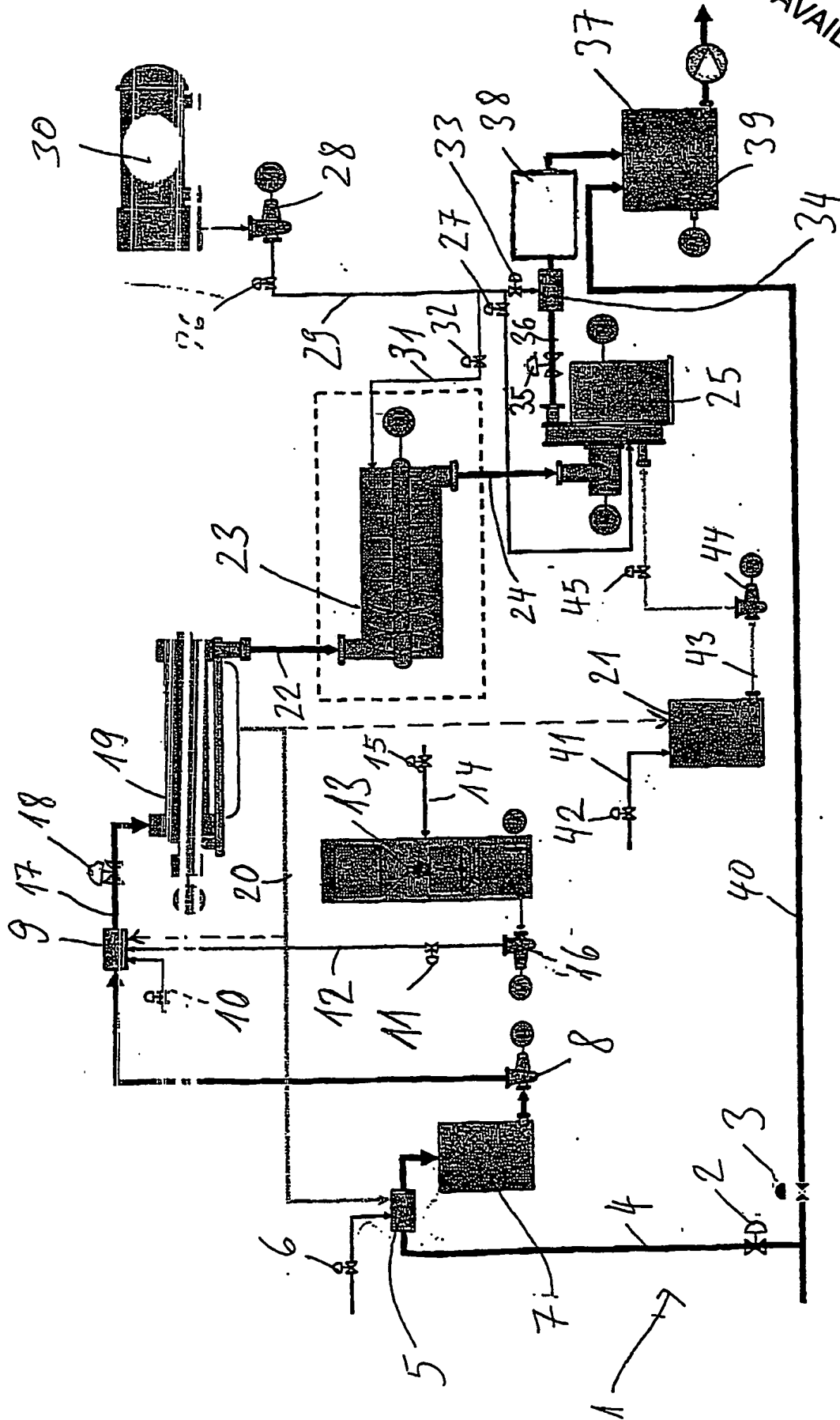
10

Ein Verfahren zum Beladen einer Zellulosefasern enthaltenden Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat weist die folgenden Verfahrensschritte auf:

- Einbringen von Calciumhydroxid in flüssiger oder trockener Form oder von Calciumoxid in die Faserstoffsuspension,
- 15 - Einbringen von gasförmigem Kohlendioxid in die Faserstoffsuspension,
- Ausfällen von Calciumcarbonat durch das Kohlendioxid,
- Mahlen der Faserstoffsuspension während des Beladungsvorgangs und Waschen der Faserstoffsuspension nach dem Kristallisationsprozess und/oder vor dem Mahlprozess und/oder während des Mahlprozesses und/oder nach
- 20 dem Mahlprozess.

(Figur 1)

BEST AVAILABLE COPY



# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP04/052331

International filing date: 28 September 2004 (28.09.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE  
Number: 103 51 292.6  
Filing date: 31 October 2003 (31.10.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 15 February 2005 (15.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse